

BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND



**AUSGEGEBEN AM
8. NOVEMBER 1956**

DEUTSCHES PATENTAMT

PATENTSCHRIFT

Nr. 952 086

KLASSE 12 o GRUPPE 22

INTERNAT. KLASSE C 07 c _____

F 17783 IV b / 12 o

Dr. Heinz Wollthan, Webster Groves, Mo. (V. St. A.)
ist als Erfinder genannt worden

Farbenfabriken Bayer Aktiengesellschaft, Leverkusen-Bayerwerk

Verfahren zur Herstellung von Isocyanaten

Patentiert im Gebiet der Bundesrepublik Deutschland vom 8. Mai 1953 an
Patentanmeldung bekanntgemacht am 26. April 1956
Patenterteilung bekanntgemacht am 18. Oktober 1956

Es ist bekannt, Isocyanate durch Umsetzung von Phosgen mit primären Aminen herzustellen. Die Reaktion wird je nach Natur der Amine entweder in der Gasphase oder in flüssiger Phase sowohl diskontinuierlich als auch kontinuierlich durchgeführt (s. W. Siefken, Liebigs Ann., Bd. 562, S. 75 bis 136, besonders S. 96, und deutsches Patent 844 896).

Es wurde nun gefunden, daß man die Geschwindigkeit der Isocyanatbildung aus primären Aminen bzw. deren Salzen und Phosgen dadurch stark beschleunigen kann, daß man die Reaktionspartner in Gegenwart eines Lösungs- oder Suspensionsmittels von unten her kontinuierlich durch ein senkrecht oder schräg stehendes beheiztes Rohr leitet. Bei dieser Arbeitsweise wird das Phosgen, das an der Eintrittsstelle in das Reaktionsgefäß infolge der Temperaturerhöhung die Tendenz hat, aus der Lösung zu entweichen, durch den Druck der im Rohr stehenden Flüssigkeitssäule stärker in Lösung gehalten, als seiner Löslichkeit bei der betreffenden Temperatur entspricht. Die hierdurch erzeugte höhere Phosgenkonzentration wirkt stark beschleunigend auf den Reaktionsverlauf. Gleichzeitig, und dies ist ein sehr wesentlicher Faktor, hat der gebildete Chlorwasserstoff, der bei Nichtentfernung die Reaktion hemmt, die Möglichkeit zu entweichen, da in dem Maße, wie das Reaktionsgemisch im Rohr aufsteigt, der Flüssigkeitsdruck nachläßt.

Das neue Verfahren kann z. B. in der Weise ausgeführt werden, daß das betreffende Amin mit Phosgen in Gegenwart von o-Dichlorbenzol bei 0° gemischt wird und dieses Gemisch durch einen Vorwärmer in ein senkrecht stehendes beheiztes Rohr eingefahren wird. Eine andere Möglichkeit der Ausführung besteht darin, daß man z. B. eine Lösung oder Suspension eines Aminchlorhydrats gemeinsam mit der erforderlichen Menge gasförmigen Phosgens dem Rohr zuführt.

Bei geeigneter Dimensionierung der Apparate und entsprechender Durchsatzgeschwindigkeit verläuft die Phosgenierung nach dem erfindungsgemäßen Verfahren wesentlich schneller und mit höherer Ausbeute als bei dem üblichen Kesselverfahren.

Wenn das Reaktionsgemisch nach Passieren des Reaktionsrohres noch nicht umgesetztes Ausgangsmaterial enthalten sollte, kann dem ersten noch ein zweites, ebenfalls aufrecht stehendes Reaktionsrohr nachgeschaltet werden, in das gegebenenfalls weiteres Phosgen eingeführt wird. Die Türme können zur Vermeidung von Gasstößen z. B. mit Raschigringen oder anderen Füllkörpern gefüllt werden.

Das aus den Reaktionstürmen gasförmig entweichende Lösungsmittel kann kondensiert und wieder unten in die Reaktionstürme eingeführt werden.

Das neue Verfahren gestattet es, bei kontinuierlichem Betrieb hohe Raumzeitausbeuten an Isocyanaten zu erzielen, und ist deshalb für technische Verhältnisse hervorragend geeignet.

Beispiel

In den Vorwärmer 1 (s. Zeichnung) leitet man stündlich ein bei 0° hergestelltes Gemisch aus 73,5 kg Toluylendiamin (ein Gemisch aus etwa 70% 2,4- und 30% 2,6-Toluylendiamin), 160 kg Phosgen und 260 kg o-Dichlorbenzol. Das Gemisch wird in dem Vorwärmer von 0° auf etwa 30° erwärmt. Von dem Vorwärmer gelangt das Gemisch in den unteren Teil des Reaktionsturmes 2, der stufenweise derartig beheizt wird, daß das Gemisch am unteren Ende des Turmes eine Temperatur von etwa 120° annimmt und den Turm oben mit einer Temperatur von etwa 160° verläßt. Von hier aus fließt das Reaktionsgemisch unter Zugabe von stündlich 30 kg gasförmigem Phosgen in den unteren Teil des Reaktionsturmes 3, der auf 175° geheizt ist und in dem die Reaktion zu Ende geführt wird. Der während der Reaktion entstehende Chlorwasserstoff sowie das verdampfende überschüssige Phosgen nehmen etwa 1200 kg o-Dichlorbenzol und eine geringe Menge des gebildeten Diisocyanates mit, die in den Kühlern 4 und 5 kondensiert und von unten den Türmen 2 und 3 wieder zugeführt werden. Am oberen Ende des Turmes 3 treten 305 l einer Lösung aus, die 83 kg Toluylendiiisocyanat enthält. Nach Entfernung des restlichen Phosgens durch Ausblasen mit Stickstoff wird sie durch Destillation aufgearbeitet.

PATENTANSPRÜCHE:

1. Verfahren zur Herstellung von Isocyanaten aus primären Aminen bzw. deren Salzen und Phosgen, dadurch gekennzeichnet, daß man die Reaktionspartner bei der Heißphosgenierung in Gegenwart eines Lösungs- bzw. Verdünnungsmittels kontinuierlich von unten her durch ein aufrecht oder schräg stehendes beheiztes Rohr leitet.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Reaktionsgemisch nach dem Passieren des Reaktionsrohres zur Vervollständigung der Reaktion unter Zusatz von weiterem Phosgen in einen zweiten, ebenfalls aufrecht stehenden Reaktionsturm eingeführt wird.

3. Verfahren nach Anspruch 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß die aus den Reaktionstürmen gasförmig entweichenden Lösungsmittel kondensiert und wieder unten in die Reaktionstürme eingeführt werden.

Hierzu 1 Blatt Zeichnungen

